

IMAGES TRIDIMENSIONNELLES DE LA RÉTENTION DYNAMIQUE DANS UN EMPILAGE STRUCTURÉ OBTENUES PAR TOMOGRAPHIE À RAYONS X

P. MARCHOT, M. CRINE,
G. L'HOMME, D. TOYE

Laboratoire de Génie chimique,
Université de Liège, Belgique

Résumé

La tomographie à rayons X est utilisée pour mesurer, de manière non intrusive, la distribution des phases dans un empilage structuré (Mellapak 250Y, Sulzer). L'analyse des images réalisées sur l'empilage sec a permis de vérifier que cette technique de mesure permettait d'obtenir des résultats tout à fait quantitatifs sur la distribution des phases. Les images réalisées sur l'empilage irrigué fournissent quant à elles des informations quantitatives sur la (mal)distribution de la phase liquide, aussi bien à l'échelle locale qu'à l'échelle globale. Les images tridimensionnelles, obtenues par l'empilement d'images de sections droites, permettent de visualiser la structure interne de l'empilage, ainsi que les structures d'écoulement du liquide.

I. INTRODUCTION

La grande efficacité des empilages structurés ainsi que la possibilité qu'ils offrent d'être employés dans des unités de forte capacité de production ont rendu leur utilisation courante dans les colonnes d'absorption, de stripping et de distillation. Quoique la technologie de ces dispositifs soit considérée comme mûre, la compréhension des processus hydrodynamiques se déroulant dans ces colonnes est toujours inadéquate et représente par conséquent un obstacle à une amélioration plus poussée de leurs performances (1). En particulier, la nature et les sources de maldistribution du gaz et du liquide à l'échelle locale sont toujours mal connues (2). Cet obstacle pourrait être levé s'il était possible de "voir" à l'intérieur de la colonne lorsqu'elle est en fonctionnement. La tomographie à rayons X, technique non intrusive et de bonne résolution spatiale, semble bien adaptée à ces investigations.

II. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

L'installation expérimentale (fig.1) est principalement constituée d'une colonne de 2 m de haut et de 0.6 m de diamètre dont les parois en polyéthylène ont une épaisseur de 0.015 m. Le lit fixe, d'une hauteur de 1.24 m, est composé de quatre blocs de Mellapak 250Y (Sulzer) en polypropylène de 0.31 m de haut chacun. Chaque bloc est lui-même constitué de deux parties semi cylindriques, maintenues jointives par un collier de redistribution (« wall wiper »). Le Mellapak 250 Y est un empilage structuré, dont les éléments sont formés par la juxtaposition de feuilles ondulées de 1.2 mm d'épaisseur disposées verticalement. La hauteur des ondulations (« corrugation height ») est égale à 13 mm et leur base (« corrugation base ») mesure 26 mm. Les feuilles ondulées sont perforées de trous ovales et circulaires de diamètre de 6 mm suivant une maille régulière.

Au niveau de la colonne à empilage, deux types de dispositifs peuvent être utilisés pour alimenter le liquide en tête de colonne. Le premier est un distributeur monopointuel, le second un distributeur uniforme permettant d'obtenir une densité d'irrigation de 106 points d'injection par m². Le débit de liquide peut être fixé entre 0 et 6000 l/h, ce qui correspond à une vitesse superficielle maximum de $6 \cdot 10^{-3}$ m/s.

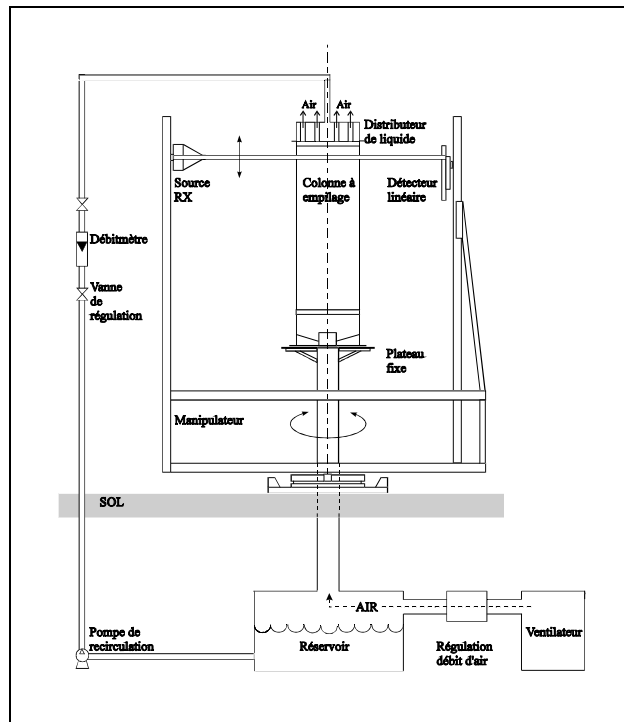


Figure 1 : Dispositif expérimental

Le gaz est alimenté au pied du lit fixe au moyen d'un ventilateur, dont le débit maximum est égal à $2000 \text{ m}^3/\text{h}$, ce qui correspond à une vitesse superficielle de 2 m/s . Toutes les expériences ont été réalisées avec le système air/eau, à pression atmosphérique et à température ambiante.

La distribution des phases dans les sections droites de la colonne est mesurée grâce à un dispositif de tomographie à rayons X, également illustré à la figure 1. Le tomographe est composé d'une source RX et d'un détecteur linéaire, qui sont fixés sur les deux montants verticaux d'une structure métallique rigide (3). La source, dont la tache focale mesure $0.4 \times 0.4 \text{ mm}^2$, produit un faisceau plan angulaire collimaté de 40° d'ouverture et de 1 mm d'épaisseur. Les mesures tomographiques présentées dans cet article ont toutes été réalisées avec un courant de 4 mA et une tension de 140 kV . Le générateur haute tension est un Baltograph CS160 permettant de travailler entre 0 et 160 kV . Le détecteur linéaire est un banc de 1024 photodiodes, de 1.7 m de long, construit par Schlumberger. La source et le détecteur linéaire peuvent être déplacés verticalement tout en restant parfaitement alignés. La précision de leur positionnement vertical est inférieure à 1 mm . Une feuille de plomb de 6 mm d'épaisseur est fixée au dos du détecteur de manière à absorber le rayonnement direct. L'ensemble du dispositif expérimental est installé dans un local dont les parois sont recouvertes de feuilles de plomb de 4 mm d'épaisseur pour absorber le rayonnement indirect.

Pour obtenir l'image d'une section droite, l'ensemble source détecteur tourne autour de la colonne, qui reste fixe. La rotation s'effectue de manière continue, à vitesse constante sur 360° . Toutes les 20 ms , le système envoie, vers un PC d'acquisition, les 1024 valeurs d'intensités mesurées et la valeur de la position angulaire, via une liaison RS422. Un scan dure environ 2.5 min , ce qui conduit à des fichiers de données de près de 8 MB . Avant toute expérience, une mesure de "blanc" doit être réalisée, sans aucun objet entre la source et le détecteur, de manière à fixer les gains et les offsets des 1024 photodiodes. Ce réglage est valable pendant 4 h environ.

Les images des sections droites sont reconstruites en utilisant la méthode de rétroprojection filtrée. Le code de calcul est parallélisé et tourne sur un Sun450 quadri processeurs. La résolution des images de 1024×1024 pixels est inférieure à 1 mm . Avant exploitation, les images des sections sont masquées et seuillées. Un masque circulaire est utilisé pour enlever l'image des parois de la colonne. Le niveau de bruit est

estimé en considérant les pixels à l'extérieur du masque. Un seuil correspondant à 90% du niveau de bruit est appliqué sur l'image contenue à l'intérieur du masque.

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.1. Empilage sec

Des mesures tomographiques ont tout d'abord été réalisées sur l'empilage sec. La figure 2 présente des images binarisées de différentes sections droites. Sur la figure 2(a), qui représente une section complète de la colonne, on distingue clairement les deux parties semi-cylindriques composant le bloc d'empilage. Les figures 2(b), 2(c) et 2(d), qui représentent des portions carrées de 400 x 400 pixels ($0.34 \times 0.34 \text{ m}^2$) extraites d'images de sections situées dans les différents blocs d'empilage, montrent que des variations de structure géométrique existent au sein du garnissage. Les discontinuités qui apparaissent sur la figure 2(b) correspondent à des trous situés au sommet des ondulations, tandis que le caractère extrêmement régulier de la figure 2(d) indique que cette section se situe à la hauteur où les ondulations des différentes feuilles d'empilage se croisent. Sur les figures 2(b) à 2(d), la discontinuité entre les 2 parties semi-cylindriques des blocs d'empilage est toujours présente, mais elle est beaucoup plus difficile à repérer.

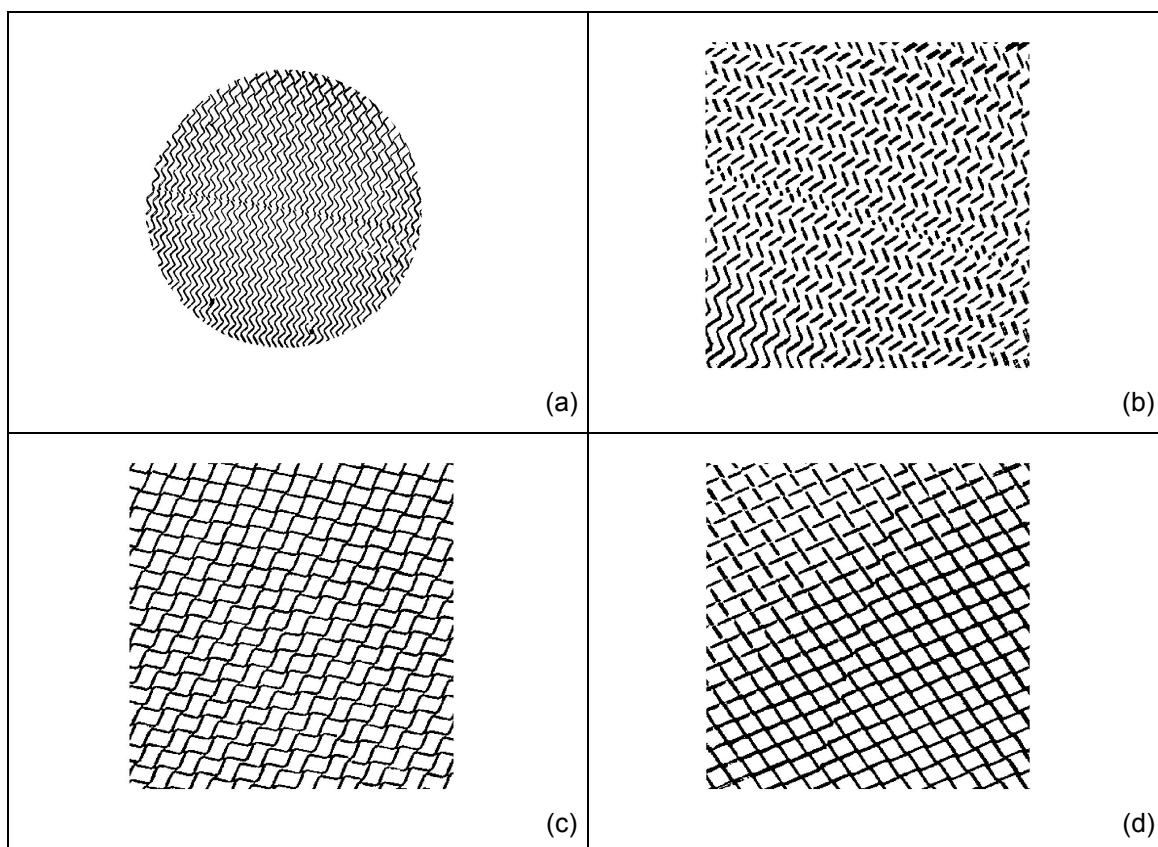


Figure 2 : Images de section sèches.

L'évaluation quantitative de la fraction de solide contenue dans une section est basée sur l'hypothèse que la valeur maximum des pixels sur différentes sections correspond à un pixel totalement rempli par du solide. De cette manière, nous avons calculé une porosité moyenne, sur l'ensemble du lit, de 88%, ce qui correspond bien à la valeur annoncée par le fabricant (87.5%). La valeur de la fraction de vide fluctue toutefois d'une section à l'autre, en raison des variations existant au niveau de la structure géométrique. Dans la section représentée à la figure 2(a), elle est égale à 90%, tandis qu'elle vaut 86% dans la section de la figure 2(d).

Les dimensions caractéristiques de la distribution du solide ont ensuite été évaluées en calculant la fonction d'autocorrélation à 2 dimensions sur les valeurs des pixels des

images sèches (4). La figure 3(a) montre la partie centrale (129×129 pixels) de la fonction d'autocorrélation calculée sur l'image de la figure 2(a). Le caractère périodique de l'empilage apparaît de manière évidente. Les valeurs des longueurs caractéristiques s'obtiennent avec précision par seuillage de cette image (figure 3(b)). Nous obtenons $d1=29.5$ pixels (25 mm) et $d2=39.5$ pixels (34 mm), qui conduisent à des valeurs de 12.5 mm ($d1/2$) et de 24 mm ($d2 \times \sin(45^\circ)$), pour la hauteur et la base de l'ondulation respectivement (le fabricant donne 13 et 26 mm).

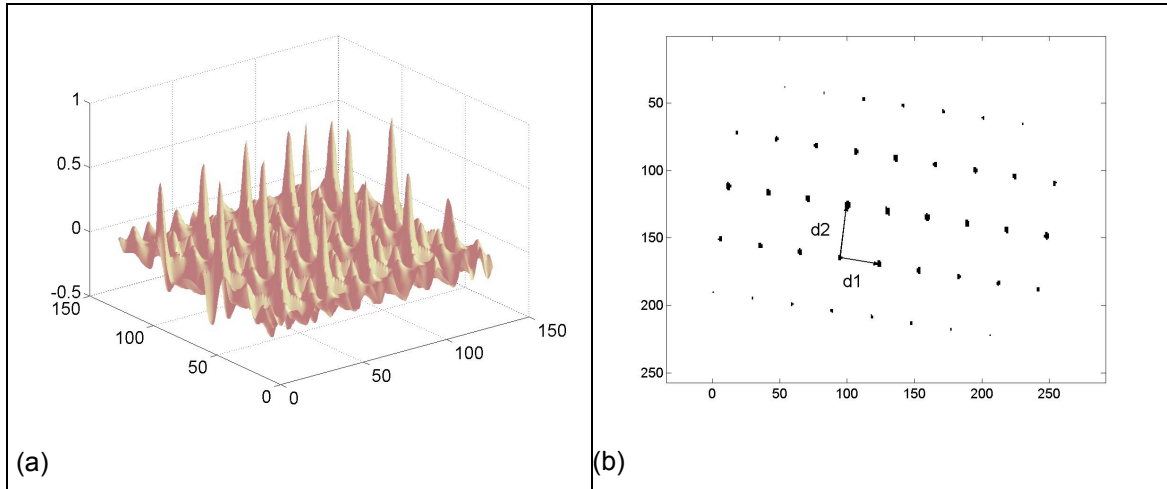


Figure 3 : Fonction d'autocorrélation 2D calculée sur l'image présentée à la figure 2(a).

Une image de la structure tridimensionnelle du solide est obtenue en prenant 18 scans horizontaux de la colonne, séparés verticalement par 1 mm. Les images sont ensuite assemblées dans une matrice 3D dont on extrait un petit volume afin de le visualiser. On donne un aspect plus régulier à l'image en convoluant la matrice avec un filtre 3D (cube de $3 \times 3 \times 3$ éléments unitaires). Cette opération de convolution rend la détermination des isosurfaces plus aisée mais conduit à un accroissement artificiel de l'épaisseur de la structure. La figure 4 représente un volume de $1.8 \times 7 \times 7 \text{ cm}^3$ extrait de l'empilage et dont on a agrandi la dimension verticale. Cette image révèle bien l'existence de perforations ovales dans les feuilles d'empilage. Ces feuilles semblent se souder à leurs points de contact par suite de la surestimation de leur épaisseur, résultant elle-même du filtrage.

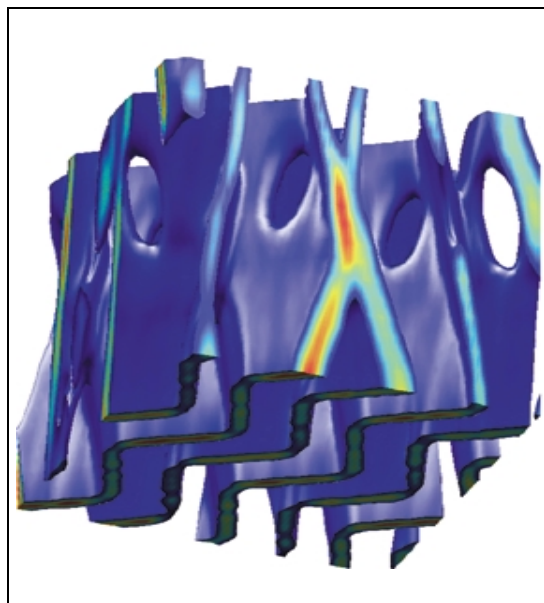


Figure 4 : Image 3D d'une petite portion de l'empilage sec.

III.2. Empilage irrigué

Des mesures tomographiques ont ensuite été réalisées sur la colonne irriguée. L'image du liquide en écoulement est obtenue en soustrayant, avant reconstruction, les signaux correspondant à la colonne drainée des signaux correspondant à la colonne irriguée. Pour quantifier la rétention dynamique de la phase liquide, nous avons déterminé expérimentalement le coefficient d'absorption de l'eau en scannant des échantillons d'eau d'épaisseurs connues puis en calculant le rapport de l'intensité incidente sur l'intensité transmise du signal projeté sans reconstruire l'image. La valeur du coefficient d'atténuation de l'eau ainsi obtenue a ensuite été vérifiée en reconstruisant l'image des échantillons "étalons".

Les images présentées à la figure 5 montrent la distribution de la rétention dynamique de liquide pour un débit de liquide égal à 4000 l/h (4.10^{-3} m/s). Ces images sont obtenues en superposant les images binarisées de l'empilage solide (en gris) et du liquide en écoulement (en bleu).

Les figures 5(a) et 5(b) représentent la distribution de rétention de liquide obtenue avec le distributeur monopontuel dans deux sections droites respectivement situées dans le premier et dans le second bloc d'empilage. Elles montrent que, dans un bloc d'empilage, la dispersion du liquide se fait suivant la direction des feuilles et confirment donc l'intérêt d'orienter les feuilles des blocs successifs à 90° les uns par rapport aux autres.

Les figures 5(c) et 5(d) montrent les distributions obtenues dans les mêmes sections droites avec le distributeur uniforme (106 points d'injection/m²).

Sur chacune des images, une ligne bleue plus épaisse apparaît. Elle correspond à un accroissement de la rétention dynamique à l'endroit où se rejoignent les deux parties semi cylindriques du bloc d'empilage. Ceci montre expérimentalement qu'une discontinuité de structure qui entraîne une discontinuité de l'écoulement peut être une source de maldistribution.

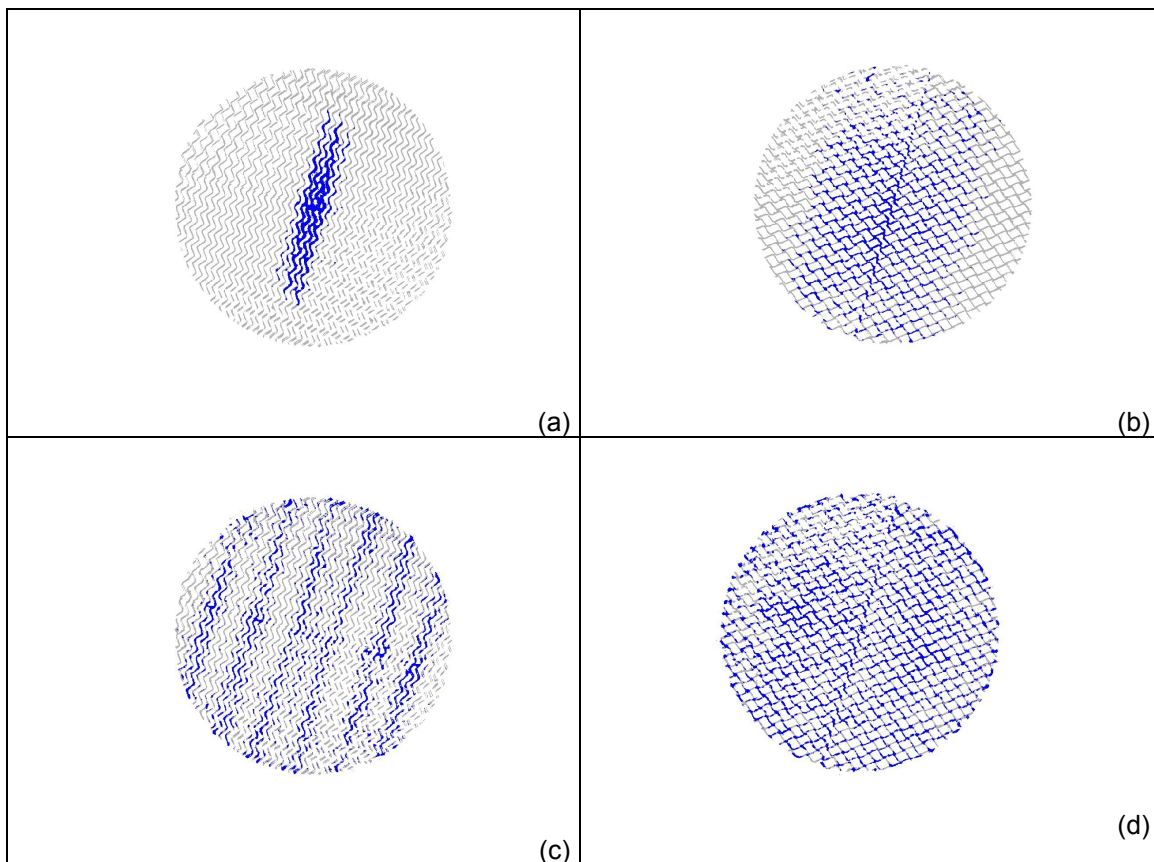


Figure 5 : Images de la distribution de la rétention dynamique de liquide.

Suivant la même procédure que celle décrite précédemment pour l'empilage sec, nous avons reconstruit des images 3D de la rétention dynamique du liquide. Les images de la

figure 6 représentent un petit volume extrait du premier bloc d'empilage et situé à environ 0.08 m du sommet de la colonne, le distributeur est uniforme et la vitesse superficielle de 4.10^{-3} m/s. Le solide est en bleu et le liquide en vert. Afin d'obtenir une image "parlante", nous avons dû choisir une zone de l'empilage où l'irrigation est peu uniforme, ce qui, avec ce type de distributeur, ne se produit que dans la partie supérieure de l'empilage.

Sur les images 3D, l'épaisseur des différentes structures est exagérée en raison du processus de filtrage utilisé pour permettre la représentation des isosurfaces. Cet effet est particulièrement marqué pour les structures d'écoulement du liquide, qui apparaissent comme aussi épaisses que les feuilles d'empilage. Il est dû au fait que le filtre le plus étroit qui puisse être utilisé a une largeur de 3 pixels, ce qui fixe l'épaisseur minimum de toutes les structures représentées. Du point de vue de l'analyse des images, cet épaississement a pour conséquence qu'il n'est pas possible de déterminer sur quelle face de la feuille ondulée s'écoule effectivement le liquide. En dépit de ces imprécisions, les images 3D ainsi obtenues ont une valeur inestimable pour l'amélioration de la compréhension des sources de maldistribution du liquide à l'échelle locale.

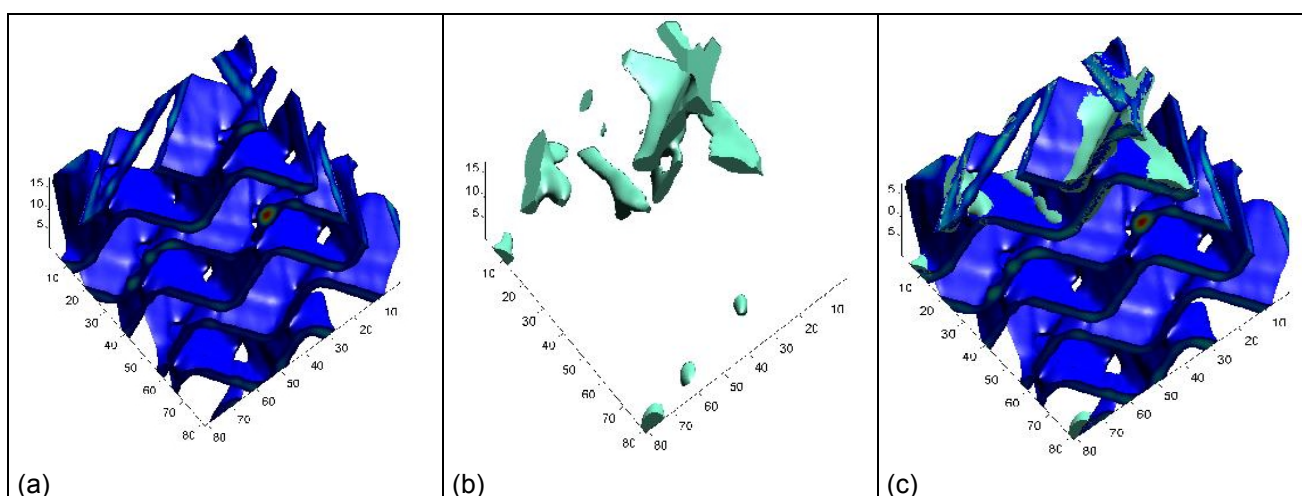


Figure 6 : Images 3D d'une petite portion de l'empilage située dans la partie supérieure du premier bloc d'empilage. (a) Empilage sec. (b) Liquide en écoulement dans le volume correspondant. (c) Empilage irrigué.

IV. CONCLUSIONS

Les résultats présentés montrent que la tomographie à rayons X permet d'obtenir, dans toutes les sections du lit fixe, des informations quantitatives sur les caractéristiques géométriques de l'empilage, ainsi d'ailleurs que sur les maldistributions du liquide qui apparaissent à grande (figure 4) et à petite échelle (figure 6). Cette technique de mesure, associée à des techniques de visualisation permettant d'obtenir des images 3D, apparaît donc comme un outil de choix pour accéder à une meilleure compréhension des phénomènes hydrodynamiques intervenant au sein des colonnes à empilage.

REFERENCES

- (1) Adler S., Beaver E., Bryan P., Rogers J.E.L., Robinson S., Russomanno C., "Vision 2020: 1998 Separations Roadmap", *A.I.Ch.E.*, New York (1998)
- (2) Olujic, Z., "Performance Modelling of Distillation Internals: Comprehensive Approaches for Rigorous Design Structured Packing Columns", Vision 2020: Distillation Priorities Topical Symposium, *A.I.Ch.E.*, Atlanta (2000)
- (3) Toye D., Marchot P., Crine M., L'Homme G., Modelling of multiphase flow in packed beds by computer assisted X-ray tomography, *Meas. Sci. Technol.*, **7**, 436 (1996)
- (4) Pratt W.K., *Digital Image Processing*, J. Wiley, New-York (1978)